

特 許 協 力 条 約

P C T

特許性に関する国際予備報告（特許協力条約第二章）

（法第 12 条、法施行規則第 56 条）

〔P C T 36 条及び P C T 規則 70〕

出願人又は代理人 の書類記号 5113-PCT	今後の手続きについては、様式 P C T / I P E A / 4 1 6 を参照すること。	
国際出願番号 P C T / J P 2 0 0 5 / 0 0 6 5 4 9	国際出願日 (日. 月. 年) 2 9 . 0 3 . 2 0 0 5	優先日 (日. 月. 年) 2 9 . 0 3 . 2 0 0 4
国際特許分類 (I P C) Int.Cl. C01B33/02(2006. 01), H01L31/04(2006. 01)		
出願人 (氏名又は名称) 京セラ株式会社		

1. この報告書は、P C T 35 条に基づきこの国際予備審査機関で作成された国際予備審査報告である。 法施行規則第 57 条 (P C T 36 条) の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 4 ページからなる。
3. この報告には次の附属物件も添付されている。 a. <input checked="" type="checkbox"/> 附属書類は全部で 3 4 ページである。 <input checked="" type="checkbox"/> 補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関が認めた訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面の用紙 (P C T 規則 70. 16 及び実施細則第 607 号参照) <input type="checkbox"/> 第 I 欄 4. 及び補充欄に示したように、出願時における国際出願の開示の範囲を超えた補正を含むものとこの国際予備審査機関が認定した差替え用紙 b. <input type="checkbox"/> 電子媒体は全部で (電子媒体の種類、数を示す)。 配列表に関する補充欄に示すように、電子形式による配列表又は配列表に関連するテーブルを含む。 (実施細則第 802 号参照)
4. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。 <input checked="" type="checkbox"/> 第 I 欄 国際予備審査報告の基礎 <input type="checkbox"/> 第 II 欄 優先権 <input type="checkbox"/> 第 III 欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 <input type="checkbox"/> 第 IV 欄 発明の単一性の欠如 <input checked="" type="checkbox"/> 第 V 欄 P C T 35 条 (2) に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 <input type="checkbox"/> 第 VI 欄 ある種の引用文献 <input type="checkbox"/> 第 VII 欄 国際出願の不備 <input checked="" type="checkbox"/> 第 VIII 欄 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 2 6 . 0 1 . 2 0 0 6	国際予備審査報告を作成した日 1 1 . 0 7 . 2 0 0 6		
名称及びあて先 日本国特許庁 (I P E A / J P) 郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号	特許庁審査官 (権限のある職員) 大工原 大二	4 G	9 3 4 3
	電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6		

様式 P C T / I P E A / 4 0 9 (表紙) (2 0 0 5 年 4 月)

第 I 欄 報告の基礎

1. 言語に関し、この予備審査報告は以下のものを基礎とした。

- ☒ 出願時の言語による国際出願
- ☐ 出願時の言語から次の目的のための言語である _____ 語に翻訳された、この国際出願の翻訳文
- ☐ 国際調査 (PCT規則12.3(a)及び23.1(b))
- ☐ 国際公開 (PCT規則12.4(a))
- ☐ 国際予備審査 (PCT規則55.2(a)又は55.3(a))

2. この報告は下記の出願書類を基礎とした。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に応答するために提出された差替え用紙は、この報告において「出願時」とし、この報告に添付していない。)

☐ 出願時の国際出願書類

☒ 明細書

第 14, 20, 25, 33, 36 _____ ページ、出願時に提出されたもの

第 1-13, 15-19, 21-24, 26-32, 34, 35 _____ ページ*, 26. 01. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの

第 _____ ページ*, _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 請求の範囲

第 _____ 項、出願時に提出されたもの

第 _____ 項*, PCT19条の規定に基づき補正されたもの

第 1-17 _____ 項*, 26. 01. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの

第 _____ 項*, _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☒ 図面

第 1-13 _____ ページ/図、出願時に提出されたもの

第 _____ ページ/図*, _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

第 _____ ページ/図*, _____ 付けで国際予備審査機関が受理したもの

☐ 配列表又は関連するテーブル

配列表に関する補充欄を参照すること。

3. ☒ 補正により、下記の書類が削除された。

☐ 明細書 第 _____ ページ

☒ 請求の範囲 第 18 _____ 項

☐ 図面 第 _____ ページ/図

☐ 配列表 (具体的に記載すること) _____

☐ 配列表に関連するテーブル (具体的に記載すること) _____

4. ☐ この報告は、補充欄に示したように、この報告に添付されかつ以下に示した補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c))

☐ 明細書 第 _____ ページ

☐ 請求の範囲 第 _____ 項

☐ 図面 第 _____ ページ/図

☐ 配列表 (具体的に記載すること) _____

☐ 配列表に関連するテーブル (具体的に記載すること) _____

* 4. に該当する場合、その用紙に“superseded”と記入されることがある。

第Ⅴ欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性（N）	請求の範囲 1－17	有
	請求の範囲	無
進歩性（I S）	請求の範囲 1－17	有
	請求の範囲	無
産業上の利用可能性（I A）	請求の範囲 1－17	有
	請求の範囲	無

2. 文献及び説明（PCT規則70.7）

文献1:JP 9-71497 A（シャープ株式会社）1997.03.18, 特許請求の範囲, 実施例, 図1
 文献2:JP 2002-293526 A（シャープ株式会社）2002.10.09, 特許請求の範囲, 実施例, 図1-2
 文献3:JP 11-11924 A（シャープ株式会社）1999.01.19, 特許請求の範囲, 実施例, 図1 & EP 887442 A & US 6136091 A

請求の範囲1－17に係る発明は、国際調査報告に引用されたいずれの文献にも記載されておらず、当業者にとって自明なものでもない。

特に、シリコン鋳型装置の冷却機構として、鋳型の外表面を冷却するための冷却部材を備え、前記冷却部材は、

(i) 鋳型の外表面、または

(ii) 鋳型の外表面が接触された接触面を備えた伝熱部材の、前記接触面以外の面である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鋳型または台座に対して相対移動される点について記載されていない。

第Ⅷ欄 国際出願に対する意見

請求の範囲、明細書及び図面の明瞭性又は請求の範囲の明細書による十分な裏付についての意見を次に示す。

請求項 1 の「台座」は何に対する台座を意味するか不明である。

シリコン鑄造装置およびシリコンインゴットの製造方法

技術分野

- 5 本発明は、太陽電池用シリコン基板等に用いられるシリコンインゴットを製造するためのシリコン鑄造装置と、シリコンインゴットの製造方法に関するものである。

背景技術

- アメリカのPVNews紙によれば、2003年の、全世界における太陽電池の生産量は、その発電出力の総量に換算して744MWであり、過去10年間で12倍に増加して
10 いる。この生産量の急激な伸びは、環境問題への関心の高まりによるもので、それを牽引しているのが、全世界の太陽電池の生産量の90%近くを占める結晶シリコン型太陽電池、特に、生産量の60%を超え、今日、最も多く生産されている、キャスト（鑄込み）法によって製造されるシリコンインゴットを使用したシリコン太陽電池である。

- シリコン太陽電池としては、より低コストで、かつ高い変換効率を持つ高品質の製品が
15 求められる。そして、シリコン太陽電池の変換効率や生産コストは、使用するシリコンインゴットに大きく依存することから、シリコンインゴットの、更なる高品質化と低コスト化とが重要な課題となっている。

- シリコンインゴットの品質は、太陽電池内において、キャリア寿命やキャリア移動度を短縮させて、太陽電池のエネルギー変換効率を低下させる要因となる、結晶粒界の数（面積）や粒界の性質、あるいは結晶粒内の配向性や欠陥密度等に大きく左右される。そのため、シリコンを用いた太陽電池のエネルギー変換効率を向上させるためには、これらの項目についての幅広い研究と、製造技術の確立とが必要である。
20

- シリコンインゴットは、シリコンを加熱して溶融させたシリコン融液を鑄型内に注ぐか、または、シリコン原料を鑄型内に入れて加熱することで溶融させてシリコン融液とした後、
25 鑄型の上部を保温あるいは加熱しながら、鑄型の底板を冷却して、鑄型内のシリコン融液に、底板側から上方へ向けて正の温度勾配を付与することで、当該シリコン融液を、一方向凝固させて製造するのが一般的である。

- こうして得られるシリコンインゴットは、欠陥や不純物の多いインゴットの側面部や底面部、凝固偏析現象によって不純物が濃化しているインゴットの頭部の組織を、通常は、
30 厚み数mm以上に亘って切断して除去した後、マルチワイヤーソー等を用いて厚み方向に

薄くスライスすることで、太陽電池用のシリコン基板に加工される。

図12A、図12Bは、日本国特許公告公報JP04-068276B(1992)に記載された、上記一方向凝固の手法によってシリコンインゴットを製造するための、従来のシリコン鑄造装置の一例を示す縦断面図である。

- 5 両図を参照して、この例のシリコン鑄造装置は、底部が開口21aによって開放された炉21を備えている。炉21の、開口21aの部分には、昇降可能な水冷チルプレート26が配されていると共に、この水冷チルプレート26の外周縁と、開口21aの内周面との隙間には、水冷チルプレート26とは別個に開口21a内を昇降可能な、筒状の断熱体27が設けられている。また、断熱体27の上端には、底板24aと、この底板24aの
- 10 周縁から上方に立ち上げた側板24bとを備え、内部にシリコン融液22を保持するための鑄型24が、断熱体27と共に昇降可能な状態で配設されている。

- 上記のシリコン鑄造装置を用いて、シリコンインゴットを製造するためには、まず、図12Aに示すように、内部にシリコン融液22を保持した鑄型24を、所定の温度に加熱した炉21内の上昇位置に配置する。この際、水冷チルプレート26は下降させて、鑄型
- 15 24の底面から離間させた状態とする。

- 次に、図12Bに示すように、内部に冷却水25を通して冷却しながら、水冷チルプレート26を上昇させて、鑄型24の底面に当接させることで、鑄型24の底板24a側を冷却する。そして、鑄型24と、水冷チルプレート26と、断熱体27とを徐々に下降させて、開口21aを通して、炉21の外方へ徐々に引き出して行くと、炉21内は、前記
- 20 のように所定の温度に加熱されているため、鑄型24内のシリコン融液22に温度勾配が生じて、当該シリコン融液22が一方向凝固されることで、シリコンインゴットが鑄造される。

- 上記のシリコン鑄造装置において、冷却初期の段階で、シリコン融液22の固液界面は、水冷チルプレート26に近い、鑄型24の底板24aの近傍に存在するため、凝固速度が
- 25 大きい。凝固が進行して固液界面が上昇するほど、固層の厚みに起因する熱抵抗が増加して、水冷チルプレート26による抜熱量が低下する結果、凝固速度が小さくなる傾向にある。そこで、先の文献には、鑄型24と水冷チルプレート26と断熱体27とを下降させて、炉21の外に引き出す際
- の速度と、炉21の加熱温度との組み合わせによって、凝固速度を制御することが記載されている。

- 30 しかし、上記のシリコン鑄造装置においては、水冷チルプレート26の冷却能力が一定

であるため、たとえ、上記のように、鑄型24を炉21の外に引き出す速度や、炉21の加熱温度を調整したとしても、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を一定の範囲内で安定に維持して、シリコン融液をほぼ一定の速度で凝固させながら、シリコンを結晶成長させることは難しい。そのため、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒
5 内の配向性、欠陥密度等が、厚み方向にほぼ均一なシリコンインゴット（これは、すなわち、厚み方向にスライスすることで、各種の特性が等しいシリコン基板を、できるだけ数多く生産できるシリコンインゴットである）を、再現性よく製造できないという問題がある。

図13は、日本国特許公開公報JP2002-293526Aに記載された、前記一方
10 向凝固の手法によってシリコンインゴットを製造するための、従来のシリコン鑄造装置の他の例を示す縦断面図である。

図13を参照して、この例のシリコン鑄造装置は、加熱機構としてのヒータ34を有する上部室（炉）31と、冷却水42によって冷却される冷却板41を有する下部室32とを、断熱材からなる障壁33で仕切り、かつ、障壁33に設けた連通口35で繋ぐと共に、
15 底板38aと、この底板38aの周縁から上方に立ち上げた側板38bとを備え、内部にシリコン融液39を保持するための鑄型38を、上部室31内に、昇降機37によって昇降させることで、連通口35を通過可能に設けたものである。

鑄型38は、図13に示す上昇位置において、連通口35を閉じると共に、置き台36と冷却板41との間を断熱するための断熱材40と、図示しない下降位置において、冷却
20 板41と対向して、鑄型38を冷却板41と熱的に繋いで冷却（抜熱）するための置き台36とを、昇降機37上に、この順に積層した上に配設されている。

上記のシリコン鑄造装置を用いてシリコンインゴットを製造するためには、まず、図13に示すように、内部にシリコン融液39を保持した鑄型38を、所定の温度に加熱した上部室31内の上昇位置に配置する。

25 次に、昇降機37を作動させて鑄型38、置き台36および断熱材40を下降させて、置き台36と冷却板41とを対向させることで、鑄型38の底板38a側を冷却する。そうすると、上部室31内は、上記のように所定の温度に加熱されていることから、鑄型38内のシリコン融液39に温度勾配が生じ、当該シリコン融液39が一方向凝固されることで、シリコンインゴットが鑄造される。

30 しかし、上記のシリコン鑄造装置においては、シリコンインゴットの品質を左右するシ

リコン融液39の冷却、固化時に、上記のように鑄型38を下降させているため、当該鑄型38とヒータ34との距離や、ヒータ34のある上部室31に対する、鑄型38の挿入量が変動することによって、鑄型38への熱の出入りが変動しやすい。特に、上部室31内を、Ar等の不活性ガスによる減圧雰囲気とした場合、ヒータ34からの熱の大半は、
5 放射によって鑄型38に伝わることになるため、両者の距離が変化することで、ヒータ34から鑄型38への入熱量が大きく変動してしまう。

そのため、上記のシリコン鑄造装置においても、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することが難しく、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が、厚み方向にほぼ均一なシリコンインゴットを、再現性よく製造することができない。
10

また、近年、一方向凝固の手法によってシリコンインゴットを製造するに際し、日本国特許公開公報JP2001-10810Aに記載されているように、炉内にノズルを設け、このノズルを通して、シリコン融液の表面に、Ar等の不活性ガスを吹き付けることで、シリコン融液に、熱対流によるかく拌を誘発して、固液界面の金属不純物の濃化を抑制しながら、分配係数が小さい金属不純物をインゴット上部に精製して行って、インゴット内部の不純物元素の量を低減する一方向凝固精製方法が行われる。
15

ところが、前記2つの例のように、鑄型が、炉に対して昇降する場合には、鑄型内のシリコン融液の液面と、ノズル先端との距離が変化すると共に、不活性ガスの滞留状態が変動するため、上で説明した一方向凝固精製方法を、スムーズかつ均一に行うことができないという問題がある。
20

日本国特許公開公報JP09-71497A(1997)には、鑄型を載置する台座を加熱炉に対して固定した状態で、冷却水によって冷却することで、台座を介して鑄型の底板を冷却するようにしたシリコン鑄造装置が記載されている。また、上記の文献には、シリコン融液の凝固初期に、台座に供給する冷却水量を抑制することによって、鑄型からの
25 抜熱量を抑制し、凝固の進行と共に冷却水量を徐々に増加させて、鑄型からの抜熱量を増加させることで、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を安定に維持することが記載されている。

しかし、冷却水量の変化によってもたらされる、抜熱量を調整する効果は十分ではない。発明者の検討によると、高温の鑄型からの抜熱量は、鑄型と冷却機構との間の温度差と、
30 熱交換が行われる面積(熱交換面積)の大きさに比例し、特に、後者の、熱交換面積の大

きさにより多くを依存している。しかし、上記の文献では、冷却水量を増減させることで、
 鑄型と冷却機構との間の温度差を変化させているだけで、熱交換が行われる面積について
 は一定である。しかも、冷却水量の変化によってもたらされる冷却機構の温度変化量は、
 1414℃以上という高温であるシリコン融液の温度に比べるとごく小さな変化に過ぎない。
 5

そのため、上記文献に記載のシリコン鑄造装置を用いても、抜熱量を十分に制御することができないため、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することは難しく、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一なシリコンインゴットを、再現性よく製造することができないのである。

発明の開示

本発明の目的は、より高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することができるシリコン casting 装置と、シリコンインゴットの製造方法とを提供することにある。

15 上記の目的を達成するための、本発明のシリコン鑄造装置は、内部にシリコン融液を保持すると共に、前記シリコン融液を冷却させて凝固させることで、シリコンインゴットを製造するための鑄型と、

鋳型の上方に、前記鋳型との距離が一定に維持された状態で配設された、シリコン融液を加熱するための加熱機構と、

20 前記加熱機構より下方に配設された、シリコン融液を冷却するための冷却機構とを備えるシリコン鑄造装置であって、

前記冷却機構は、鋳型の外表面を冷却するための冷却部材を備え、前記冷却部材は、

- (i) 鋳型の外表面、または
- (ii) 鋳型の外表面が接触された接触面を備えた伝熱部材の、前記接触面以外の面、

25 である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鋳型または台座に対して相対移動されることを特徴とするものである。

本発明においては、鑄型と加熱機構とを、距離が一定に維持された状態で配設しているため、上記距離が変動することに伴う、加熱機構から鑄型への入熱量の変動を抑制することができる。また、冷却機構の冷却部材を、鑄型等に対して相対移動させることで、当該冷却部材に設けた受熱面の、鑄型の外表面等に設けた放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させているため、冷却機構による鑄型からの抜熱量を、十分に良好に制御することもできる。したがって、本発明によれば、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を一定の範囲内で安定に維持して、シリコン融液をほぼ一定の速度で凝固させながら、シリコンを結晶成長させることができるため、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一で、より高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。

なお、鑄型と加熱機構との距離を一定に維持するのは、少なくとも、シリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。それ以外の、例えば、シリコン原料を鑄型内に收容する際や、製造したシリコンインゴットを鑄型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させて、両者の距離を増加させたり、鑄型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したりできるようにしてもよい。

冷却部材は、鑄型の底面を冷却するための底面冷却部材を備え、前記底面冷却部材は、
(1) 鑄型の底面、または、
(2) 前記鑄型の底面が接触された状態で、鑄型が載置される、接触面としての載置面を備えた、伝熱部材としての台座の、前記載置面以外の面、
である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鑄型または台座に対して相対移動されるのが好ましい。

また、底面冷却部材としては、熱交換面積を変化させるため、受熱面を、放熱面と直接に接触させた状態を維持しながら、鑄型または台座に対して、前記放熱面の面方向に相対移動されるものが挙げられる。

上記底面冷却部材においては、鑄型等の放熱面に対して、受熱面を直接に接触させているため、熱交換効率が低い上、鑄型等に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることができる。

また、底面冷却部材としては、熱交換面積を変化させるため、受熱面を、放熱面に対して、一定間隔をあけて近接配置させた状態を維持しながら、鑄型または台座に対して、前

記放熱面の面方向に相対移動されるものも挙げられる。

上記底面冷却部材においては、その受熱面を、鑄型等の放熱面に対して直接に接触させずに、一定間隔で離間させた状態を維持して、摺動面をなくした状態で、相対移動させながら熱交換させているため、両面の機械的摩耗を防ぐことができる。

- 5 なお、上記底面冷却部材においては、熱交換は、放熱面と受熱面との間の熱の輻射や対流によって行われる。そのため、より効率的に熱交換を行うためには、放熱面と受熱面との間隔は、10 mm以下であるのが好ましい。

- 10 放熱面が、台座の、鑄型を載置した載置面以外の面であるとき、鑄型から台座を介して底面冷却部材への抜熱をより効率よく行うためには、台座の熱伝導率が40 W/(m・K)以上であるのが好ましい。

- 15 また、台座は、鑄型の底面側における温度分布を小さくして、シリコン融液の一方向凝固性を向上させるために、鑄型と底面冷却部材との間での熱交換の妨げにならない範囲で、厚いことが好ましい。すなわち、台座は、片面が載置面とされ、前記載置面と反対面が、載置面と平行で、厚みが一定の板状に形成されていると共に、前記厚みが、載置面と、前記載置面上に載置される鑄型の底面との接触領域の差し渡し長さの1/6以上であるのが好ましい。

本発明のシリコン鑄造装置において、鑄型は、底板と、前記底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備えると共に、冷却部材は、鑄型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材と、鑄型の側板の外側面である側面を冷却するための側面冷却部材とを備え、前記側面冷却部材は、

- 5 鑄型の側面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、鑄型の側面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鑄型に対して相対移動されるのが好ましい。

- この構成によれば、底面冷却部材によって、鑄型の底面を冷却しながら、側面冷却部材を、鑄型に対して相対移動させることで、当該側面冷却部材に設けた受熱面と、放熱面と
10 としての、鑄型の側面との間の熱交換面積を、例えば、鑄型内のシリコン融液の凝固が進行して固液界面が上昇するのに合わせて、鑄型の高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるように変化させることができる。そのため、冷却機構による鑄型からの抜熱量を、十分に良好に制御することができ、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができ、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度
15 等が厚み方向にほぼ均一で、より高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。

側面冷却部材としては、鑄型の側面における熱交換面積を変化させるため、受熱面を、鑄型の側面と直接に接触させた状態を維持しながら、鑄型に対して、前記鑄型の高さ方向に相対移動されるものが挙げられる。

- 20 上記側面冷却部材においては、放熱面としての鑄型の側面に対して、受熱面を直接に接触させているため、熱交換効率が高い上、鑄型に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることができる。

また、側面冷却部材としては、受熱面を、鑄型の高さ方向に分割した分割受熱面を有する複数の冷却部材によって構成されていると共に、各冷却部材は、それぞれの分割受熱面を、鑄型の側面と直接に接触させるか、または、一定間隔をあけて近接配置させた状態と、離間させた状態との間で、個別に相対移動されるものも挙げられる。

- 5 上記側面冷却部材においては、各冷却部分の分割受熱面を、個別に、鑄型の側面に対して、摺動させることなく、当接または接近させた状態と、離間させた状態との間で相対移動させることによって熱交換させているため、摺動面をなくして、各面の機械的摩耗を防ぐことができる。また、特に、分割受熱面を、鑄型の側面に直接に当接させる場合は、熱交換効率を向上できる上、鑄型に対して相対移動させることによって熱交換面積を変化させた際に、抜熱量を、応答性よく、速やかに変化させることもできる。

また、側面冷却部材と組み合わせる底面冷却部材としては、

- (1) 鑄型の底面、または、
(2) 前記鑄型の底面が接触された状態で、鑄型が載置される載置面を備えた台座の、前記載置面以外の面、
15 である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鑄型または台座に対して相対移動されるものが挙げられる。

- 上記底面冷却部材を側面冷却部材と組み合わせれば、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、さらに高品質なシリコンインゴットを、
20 再現性よく、できるだけコスト安価に製造することができる。

- また、上記底面冷却部材としては、受熱面を、鑄型の底面の中央部と周縁部とに分割した分割受熱面を有する複数の冷却部材によって構成されていると共に、各冷却部材は、それぞれの分割受熱面を、放熱面と直接に接触させるか、または、一定間隔をあけて近接配置させた状態と、離間させた状態との間で、個別に相対移動されるものが挙げられる。
25 上記底面冷却部材を側面冷却部材と組み合わせれば、鑄型内のシリコン融液の凝固に合わせて温度勾配をさらに細かく制御して、より一層、高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することができる。

- 本発明のシリコン鑄造装置は、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、さらに高品質なシリコンインゴットを、再現性よく製造することを考慮すると、鑄型の温度を測定するための温度検出手段と、
30

前記温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却部材の、鋳型に対する相対位置とを制御する制御手段と、を備えているのが好ましい。

- 5 シリコンインゴットを製造するために、鋳型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける、鋳型および加熱機構との距離が一定に維持された不活性ガス吐出手段を有するのが好ましい。なお、不活性ガス吐出手段の、鋳型および加熱機構との距離を一定に維持するのは、少なくともシリコンインゴットを製造する工程の間であればよい。

- 10 本発明のシリコンインゴットの製造方法は、上記本発明のシリコン鑄造装置の、鋳型の内部にシリコン融液を保持させる工程と、前記シリコン融液を、鋳型の上方に、一定距離を維持して配設された加熱機構によって加熱しながら、冷却機構によって、鋳型の下方から冷却すると共に、前記冷却に伴う、シリコン融液の固液界面の上昇に応じて、冷却機構を鋳型に対して相対移動させることで、前記シリコン融液を、鋳型の下方から上方へ一方

- 15 向凝固させる工程とを含むことを特徴とするものである。
本発明によれば、先に説明したように、抜熱量を十分に制御できるため、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持して、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

- 20 また、上記本発明の製造方法において、シリコン鑄造装置が、温度検出手段と制御手段とを備え、前記制御手段は、温度検出手段によって測定した鋳型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却部材の、鋳型に対する相対位置とを制御しながら、シリコン融液を、鋳型の下方から上方へ一方凝固させるようにすると、凝固初期から完全凝固に至るまでの間の温度勾配を、より一層、安定に維持して、さらに高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することができる。

また、本発明の製造方法において、シリコン鑄造装置が、不活性ガス吐出手段を備え、前記不活性ガス吐出手段から、鑄型の内部に保持したシリコン融液に不活性ガスを吹き付けながら、前記シリコン融液を、鑄型の下方から上方へ一方向凝固させるようにすると、シリコン融液を、スムーズかつ均一に凝固させることができるため、不純物元素の量が著しく低減されて、より一層、高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することができる。

図面の簡単な説明

図1 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の一例を示す縦断面図、図1 Bは、
10 上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図2は、図1 A、図1 Bのシリコン鑄造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わせさせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。

図3は、本発明のシリコン鑄造装置の、不活性ガス吐出手段を組み合わせさせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。

15 図4 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図4 Bは、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図5 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図5 Bは、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。
20

図6 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図6 Bは、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図7 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図7 Bは、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。
25

図8 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図8 Bは、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

30 図9 Aは、本発明のシリコン鑄造装置の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図9 B

は、上記例のシリコン鑄造装置の底面冷却部材および側面冷却部材を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

図10は、図9A、図9Bのシリコン鑄造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。

- 5 図11Aは、本発明の実施例で製造したシリコン鑄造装置を示す縦断面図、図11Bは、実施例で製造したシリコン鑄造装置の変更部分を示す縦断面図である。

図12Aは、従来のシリコン鑄造装置の一例を示す縦断面図、図12Bは、上記例のシリコン鑄造装置の鑄型を下降させた状態を示す縦断面図である。

図13は、従来のシリコン鑄造装置の他の例を示す縦断面図である。

10

発明を実施するための最良の形態

図1Aは、本発明のシリコン鑄造装置1の、実施の形態の一例を示す縦断面図、図1Bは、上記例のシリコン鑄造装置1の底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

- 15 両図を参照して、この例のシリコン鑄造装置1は、底板4aと、この底板4aの周縁から上方に立ち上げた側板4bとを備え、内部にシリコン融液8を保持するための鑄型4と、鑄型4の上方に配設される、加熱機構としてのヒータ3と、

鑄型4が、その底板4aの下面である底面4cを、載置面5aに接触させた状態で載置される台座5と、

- 20 これらの部材の周囲を取り囲むように配設される断熱部材2と、

台座5との間での熱交換によって、台座5上に載置された鑄型4の底面4cを冷却するための底面冷却部材6を含む冷却機構Cと、を備えている。

- 25 このうち、ヒータ3と鑄型4とは、少なくとも一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する工程の間、距離が一定に維持された状態で保持される。それ以外の、例えば、シリコン原料を鑄型内に収容する際や、製造したシリコンインゴットを鑄型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させて、両者の距離を増加させたり、鑄型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したりできるように構成するのが好ましい。

- 30 鑄型4は、特に限定されないが、例えば、二酸化珪素(SiO_2)や黒鉛、炭素繊維強

化炭素材料等からなり、製造したシリコンインゴットを取り出す際に分割できると共に、取り出し後に再度、組み立てることができる分割鑄型として構成するのが好ましい。また、鑄型4の内面には、図示していないが、シリコンインゴットの融着を防止して取り出しを容易にすると共に、鑄型4を何度でも再使用できるようにするために、離型層を設けるのが好ましい。

離型層としては、例えば、シリコンの窒化物である窒化珪素 (Si_3N_4)、炭化物である炭化珪素 (SiC)、酸化物である二酸化珪素 (SiO_2) 等の、珪素化合物の層が挙げられる。鑄型4の内面に離型層を形成するためには、上記珪素化合物の粉末を、適当なバインダと共に溶剤中に混合してスラリーを形成し、このスラリーを、塗布あるいはスプレー等して、鑄型4の内面にコーティングすればよい。

ヒータ3としては、鑄型4内に收容したシリコン原料を加熱して溶融させて、シリコン融液8を生成させたり、生成したシリコン融液8を鑄型4の上方から加熱して、冷却機構Cによる鑄型4の底面4c側からの冷却との組み合わせによって、当該シリコン融液8に温度勾配を生じさせて、一方向凝固させたりすることができる種々のヒータが使用可能である。これらの機能を有するヒータ3としては、例えば、ドーナツ形状等とした抵抗加熱式のヒータや、誘導加熱式のコイル等が挙げられる。ヒータ3は、図に示した炉内の天井部だけでなく、図示していないが、鑄型4を取り囲むように、炉内の側面部と天井部の両方に設けてもよい。

台座5は、鑄型4の底面4cから抜熱して底面冷却部材6に伝熱するために用いられることから、その熱伝導率が高い上、Ar等の不活性ガス雰囲気中で、シリコンの融点 (1414°C) 以上、特に 1600°C 以上の高温に耐えることができる材料、特に、熱伝導率が $40\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 以上で、かつ高い耐熱性を有する材料によって形成するのが好ましい。

これらの条件を満たす、台座5を形成するのに適した材料としては、例えば、グラファイト [熱伝導率 $49\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$]、サファイア [熱伝導率 $45\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$]、窒化アルミニウム [AlN 、熱伝導率 $84\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$]、炭化珪素 [SiC 、熱伝導率 $200\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$] 等が挙げられ、中でも、加工が簡単で低コストであることから、グラファイトが好ましい。

断熱部材2は、先に説明したように、鑄型4と、ヒータ3と、台座5の周囲を取り囲むように配設されている。断熱部材2は、耐熱性や断熱性等を考慮して、カーボンを主成分

部材 2 と同様の断熱材によって形成される。

図示していないが、底面冷却部材 6 の内部には、水等の冷却液体を循環させる配管を設けて、この冷却液体の循環によって、底面冷却部材 6 を冷却するようにしてもよい。冷却液体は、シリコン鑄造装置 1 の外部で、熱交換器によって冷却したものを、底面冷却部材 6 の内部の配管内を循環させた後、再び熱交換器に還流させるようにすればよい。

底面冷却部材 6 は、先に説明したように、昇降用モータ 1 2 によって昇降されることで、台座 5 に対して、放熱面としての側面 5 b の面方向に相対移動される。そして、それによって、側面 5 b と、受熱面 6 a とが、熱交換のために直接に接触する領域（図 1 B に示す、以下「熱交換領域」とすることがある）HE の面積、すなわち熱交換面積が変化される。

例えば、図 1 A は、底面冷却部材 6 を最も下方まで下降させた状態を示しており、この状態では、台座 5 の側面 5 b と底面冷却部材 6 の受熱面 6 a とが全く接触しておらず、熱交換領域 HE の熱交換面積はゼロである。また、図の状態では、先に説明したように、断熱部材 2 の開口部 2 a が、可動断熱片 7 によって塞がれるため、特に、シリコン原料を溶融してシリコン融液 8 を生成させる際等、冷却機構 C を使用しないときに、熱伝導率の高い台座 5 等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができ、シリコンインゴット製造の時間およびコストを節約することができる。

また、図 1 B は、底面冷却部材 6 を最も上方まで上昇させた状態を示しており、この状態では、台座 5 の側面 5 b と底面冷却部材 6 の受熱面 6 a とが、図の例の装置で設定される最も広い面積に亘って接触しており、熱交換領域 HE の熱交換面積は最大となる。さらに、図示していないが、底面冷却部材 6 を、上記図 1 A と図 1 B の間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域 HE の熱交換面積を、ゼロと最大の間の任意の面積に、無段階で設定することができる。

そのため、図の例のシリコン鑄造装置 1 によれば、最初は図 1 A の状態からスタートし、シリコン融液 8 の凝固が進行することによる固液界面上昇に合わせて、底面冷却部材 6 を徐々に上昇させて、熱交換領域 HE の熱交換面積を徐々に増加させることで、鑄型 4 の、底板 4 a の下面である底面 4 c から、台座 5 を経由して、上記熱交換領域 HE を通して底面冷却部材 6 に抜熱される熱（図 1 B 中に白矢印で示す）の移動量、すなわち抜熱量を、徐々に増加させることができる。

したがって、ヒータ 3 と冷却機構 C とによって鑄型 4 内のシリコン融液 8 に付与される温度勾配を、固液界面上昇に伴う熱抵抗の増加に関係なく、凝固初期から完全凝固に至

るまでの間、安定に維持することができ、結晶粒径や結晶粒界の数、粒界の性質、結晶粒内の配向性、欠陥密度等が厚み方向にほぼ均一で、高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

- 台座5は、その厚みD（図1B参照）が小さすぎると、側面5bの近傍のみが集中的に
- 5 冷却され、中央部は十分に冷却されない状態を生じるおそれがある。そのため、鑄型4の底板4a側における温度分布をできるだけ一様にして、シリコン融液8の一方向凝固性を向上させるために、台座5は、厚みDができるだけ大きいことが望ましい。厚みDの具体的な範囲については特に限定されないが、載置面5aと、その上に載置される鑄型4の底面4cとの接触領域の差し渡し長さL（図1A参照）の1/6以上であるのが好ましい。
- 10 また、台座5が厚すぎて、鑄型4と底面冷却部材6との間での熱交換の妨げになるのを防止するためには、厚みDは、上記の範囲内でも、特に、差し渡し長さLの2/3以下であるのが好ましい。

- なお、ここでいう差し渡し長さLとは、載置面5aと、その上に載置される鑄型4の底面4cとの接触領域の平面形状の重心点を通過する直線が、当該平面形状の輪郭線によっ
- 15 て切り取られてできる線分のうち、最小の長さを示すものを指すこととする。例えば、接触領域の平面形状が長方形状であるとき、差し渡し長さLは、長方形の短辺の長さと一致する。また、接触領域の平面形状が円形であるとき、差し渡し長さLは、円の直径と一致する。また、接触領域の平面形状は、図1A、図1Bの例のように、台座5の載置面5aが、鑄型4の底面4cより小さいときは、載置面5aの平面形状と一致し、図11Aの例
- 20 のように、逆であるときは、鑄型4の底面4cの平面形状と一致する。

図2は、図1A、図1Bのシリコン鑄造装置1に、温度検出手段としての熱電対10と、制御手段11とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。これらの部材以外の構成は、先に説明したとおりであるので、以下では、相違点についてのみ説明する。

- 図2を参照して、熱電対10は、鑄型4の側板4bの上辺近傍、下辺近傍および両者の
- 25 中間の3箇所に設けられている。これにより、鑄型4内のシリコン融液8に付与される温度勾配を求めることができる。各熱電対10の出力は、制御ケーブル13を介して、制御手段11に与えられる。制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8に付与される温度勾配を演算し、その結果に基づいて、制御ケーブル13を介して、ヒータ3、および昇降用モータ12を駆動制御する。

- 30 なお、温度検出手段は、熱電対10には限られず、例えば、非接触の赤外線温度計等を

用いることもできる。また、制御手段11としては、例えば、周知のプログラマブルコントローラ等を用いることができる。プログラマブルコントローラ（シーケンサ）は、機械制御の分野においてきわめてよく知られているものであつて、単機能を有するモジュールを組み合わせてユニット化して用いたり、機能を特化した1つのモジュールを用いたりして構成することができる。上記制御手段11の場合は、熱電対10からの出力が、例えば、アナログの電圧値として取り込まれることから、これをデジタルデータに変換するモジュールなどを適宜、組み合わせて使用すればよい。

以下に、上記のシリコン鑄造装置1を用いて、シリコンインゴットを製造する手順を、図1A～図2を参照しながら説明する。

10 まず、鑄型4の内部にシリコン原料を充てんして制御手段11を起動させると、当該制御手段11は、図1Aに示すように、冷却機構Cの底面冷却部材6を最も下方まで下降させて、断熱部材2の開口部2aを可動断熱片7によって塞ぐことで、ヒータ3、鑄型4、および台座5を、断熱部材2と可動断熱片7とによって包囲させる。そして、ヒータ3に通電して、鑄型4を、温度1420℃～1550℃程度に加熱させることで、シリコン原料を溶融させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短時間で、シリコン原料を溶融させることができる。

20 シリコン原料が溶融してシリコン融液8となると、制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8の温度勾配をモニタリングしながら、昇降用モータ12を駆動させることで、底面冷却部材6を徐々に上昇させて、台座5との間に熱交換領域HEを生じさせて抜熱を開始させる。

25 そして、ヒータ3と冷却機構Cとによってシリコン融液8に付与される温度勾配を、引き続き、熱電対10の出力によってモニタリングしながら、当該温度勾配が、固液界面の上昇に伴う熱抵抗の増加に関係なく、安定に維持されるように、底面冷却部材6の昇降と、それに伴う台座5との間の熱交換領域HEの熱交換面積の増減とを制御すると共に、ヒータ3に供給する電力を制御する。具体的には、制御手段11は、例えば、シリコン融液の温度勾配が所定値より小さい場合、(a) ヒータ3に供給する電力を増加させる、(b) 底面冷却部材6を上昇させて、熱交換領域HEの熱交換面積を増加させる、のいずれか一方、または両方の処理を行って、温度勾配を大きくする。また、温度勾配が所定値より大きい場合は、上記と逆の処理を行って、温度勾配を小さくする。

30 制御手段11によって上記の制御を行うと、シリコン融液8を一方向凝固させる際の温

度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、より一層、安定に維持することができ、さらに高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

5 なお、鑄型4の温度だけでなく、ヒータ3、台座5、装置内雰囲気、底面冷却部材6、冷却流体等の温度や、あるいは、冷却流体の流量等を計測して、これらを制御するようにすれば、より高い再現性を得ることができる。また、底面冷却部材6を昇降させる昇降用モータ12として、昇降速度が可変なインバータ制御のモータやステッピングモータ、リニアモータなどを用い、上述の各制御項目に合わせて、昇降の速度を制御するようにすれば、さらに細かく、温度勾配を制御することができる。

10 図3は、本発明のシリコン鑄造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図である。上記シリコン鑄造装置1の大部分の構成は、先の図1A、図1Bのものと同様であるので、以下では、相違点についてのみ説明する。

 図3を参照して、この例のシリコン鑄造装置1においては、底面冷却部材6の受熱面6aが、台座5の、放熱面である側面5bに対して一定の間隔Gを隔てて離間させて配設されてお
15 り、底面冷却部材6は、この間隔Gを維持しながら、台座5に対して、上記側面5bの面方向に相対移動される。これにより、摺動面をなくして、両面の機械的摩耗を防ぐことができる。熱交換は、側面5bと受熱面6aとの間の熱の輻射や対流によって行われる。そのため、より効率的に熱交換を行うためには、両面5b、6aの間隔Gは、10mm以下であるのが好ましい。

20 また、台座5は、その厚みDが小さすぎると、側面5bの近傍のみが集中的に冷却され、中央部は十分に冷却されない状態を生じるおそれがある。そのため、鑄型4の底板4a側における温度分布をできるだけ一様にして、シリコン融液8の一方向凝固性を向上させるために、台座5は、厚みDができるだけ大きいことが望ましい。厚みDの具体的な範囲については特に限定されないが、載置面5aと、その上に載置される鑄型4の底面4cとの
25 接触領域の差し渡し長さLの1/6以上であるのが好ましい。また、台座5が厚すぎて、鑄型4と底面冷却部材6との間での熱交換の妨げになるのを防止するためには、厚みDは、上記の範囲内でも、特に、差し渡し長さLの2/3以下であるのが好ましい。

 なお、ここでいう差し渡し長さLとは、載置面5aと、その上に載置される鑄型4の底面4cとの接触領域の平面形状の重心点を通過する直線が、当該平面形状の輪郭線によっ
30 て切り取られてできる線分のうち、最小の長さを示すものを指すこととする。例えば、接

触領域の平面形状が長方形形状であるとき、差し渡し長さLは、長方形の短辺の長さと一致する。また、接触領域の平面形状が円形であるとき、差し渡し長さLは、円の直径と一致する。また、接触領域の平面形状は、図の例のように、台座5の載置面5aが、鋳型4の底面4cより小さいときは、載置面5aの平面形状と一致し、逆であるときは、鋳型4の

5 底面4cの平面形状と一致する。

また、台座5は、鋳型4の底面4cを均一に冷却することを考慮すると、図の例のように、載置面5aと下面5cとが共に平面で、かつ平行であって、厚みが均一であることが好ましく、その際の厚みDは、両面間の距離によって規定することができるが、台座5の厚みが等しくないときは、その最小の厚みでもって、台座5の厚みDと規定することとする。

10 。

また、図の例のシリコン鑄造装置1には、断熱部材2を貫通して、鋳型4の上方の、ヒータ3との間の領域に先端部を突出させるようにして、先に説明したように、少なくとも一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する工程の間、鋳型4およびヒータ3との距離が一定に維持された状態で、不活性ガス吐出手段としてのノズル9が配設されている。

15 そのため、一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する際に、このノズル9から、鋳型4の内部に保持するシリコン融液8に、Ar等の不活性ガスを、シリコン融液8の液面とノズル9の先端との距離が変化したり、不活性ガスの滞留状態が変動したりすることなしに、常に一定の状態で吹き付けることができる。そのため、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムーズかつ均一に、再現性よく、実施することができる。

20 なお、ノズル9は、一方向凝固の工程以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造したシリコンインゴットを鋳型内から取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、鋳型4とヒータ3との間から引き出したりできるように構成するのが好ましい。また、一方向凝固の工程において、ノズル9の先端は、シリコン融液8の液面の概ね中央部を狙って不活性ガスを噴出させるように配置するのが好ましい。不活性ガス

25 としては、例えばHe、Ne、Ar等の希ガスが挙げられ、特に入手のしやすさから、上記のようにArが好ましい。

一方向凝固精製方法では、ノズル9の先端から、シリコン融液8の液面に不活性ガスを吹き付けると、吹き付けられた液面の中央にキャビティが形成されると共に、その周囲に、液面を覆う流れが形成される。そして、この流れに伴って、シリコン融液8の表面に、不

30 活性ガスの吹き付けによる揺動が発生することで、次々と新しいシリコン融液8が液面に

そのため、例えば、シリコン融液8の固液界面の上昇に合わせて、底面冷却部材6と可動断熱片7とを徐々に上昇させて、鑄型4内のシリコン融液8を、鑄型4の上部では、ヒータ3の熱によって効率よく加熱し、かつ、下部では、可動断熱片7によってヒータ3の熱から断熱すると共に、鑄型4の底面4cでは、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとが、熱交換のために直接に接触する熱交換領域HEの熱交換面積を徐々に増加させて、当該熱交換領域HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱（図4B中に白矢印で示す）の抜熱量を徐々に増加させながら冷却することによって、よりスムーズに、一方向凝固させることができ、高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

- 10 図5Aは、本発明のシリコン鑄造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図5Bは、上記例のシリコン鑄造装置1の底面冷却部材6を相対移動させた状態を示す縦断面図である。この例のシリコン鑄造装置1は、台座5と底面冷却部材6の形状が異なっている。

すなわち、底面冷却部材6は、その外周側面が受熱面6aとされた、一枚の厚肉の板部6eと、この板部6eの下面6fから下方へ延設された、昇降用モータ12との接続用の接続部6dとを、例えば、ステンレス鋼等の金属材料によって一体に形成して構成されている。また、台座5は、下面5cに、上記底面冷却部材6の板部6eが挿入される座ぐり部5dを有すると共に、この座ぐり部5dの、受熱面6aと直接に接触する内側面5eを放熱面とした形状に形成されている。

- 20 そして、図5Bに示すように、板部6eを座ぐり部5dに挿入して、受熱面6aを内側面5eに接触させた状態を維持しながら、図中に実線の矢印で示すように、底面冷却部材6を、台座5に対して、上記内側面5eの面方向に相対移動させることで、上記両面間に形成される熱交換領域HEの熱交換面積を変化させるように構成されている。なお、底面冷却部材6の、板部6eの上面6gは、台座5との間での不要な熱交換を防止するために、
25 その全面が、可動断熱片7によって覆われている。

図5Aを参照して、底面冷却部材6を最も下方まで下降させて、板部6eを、座ぐり部5d、および断熱部材2の開口部2aから完全に引き出すと、台座5の内側面5eと、底面冷却部材6の受熱面6aとが全く接触しない、熱交換領域HEの熱交換面積がゼロの状態となる。この状態では、断熱部材2の開口部2aが、底面冷却部材6と共に下降した可動断熱片7によって塞がれるため、例えば、シリコン原料を溶融してシリコン融液8を生
30

成させる際等に、熱伝導率の高い台座 5 等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができる。

図 5 B を参照して、底面冷却部材 6 を最も上方まで上昇させると、台座 5 の内側面 5 e と、底面冷却部材 6 の受熱面 6 a とが、図の例の装置で設定される最も広い面積に亘って
5 接触し、熱交換領域 HE の熱交換面積が最大となる。さらに、図示していないが、底面冷却部材 6 を、上記図 5 A と図 5 B の間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域 HE の熱交換面積を、ゼロと最大の間任意の面積に、無段階で設定することができる。

そのため、図の例のシリコン鑄造装置 1 によれば、最初は図 5 A の状態からスタートし、固液界面の上昇に合わせて底面冷却部材 6 を徐々に上昇させて、熱交換領域 HE の熱交換
10 面積を徐々に増加させることで、鑄型 4 の底面 4 c から、台座 5 を経由して、熱交換領域 HE を通して底面冷却部材 6 に抜熱される熱 (図 5 B 中に白矢印で示す) の抜熱量を、徐々に増加させることができる。

したがって、ヒータ 3 と冷却機構 C とによって鑄型 4 内のシリコン融液 8 に付与される温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、安定に維持して、高品質なシリコン
15 インゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

また、図の例では、底面冷却部材 6 を台座 5 の内側に納めることで、シリコン鑄造装置 1 の全体をコンパクト化することもできる。

図 6 A は、本発明のシリコン鑄造装置 1 の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図 6 B は、上記例のシリコン鑄造装置 1 の底面冷却部材 6 を相対移動させた状態を示す縦断面
20 図である。この例のシリコン鑄造装置 1 は、底面冷却部材 6 の形状と、相対移動させる方向とが異なっている。

すなわち、底面冷却部材 6 は、その上面が受熱面 6 a とされた、複数枚の板材 6 h によって形成されている。そして、図 6 B に示すように、受熱面 6 a を、台座 5 の、放熱面である下面 5 c に直接に接触させた状態を維持しながら、両図中に実線の矢印で示すように、
25 板材 6 h を、台座 5 に対して、上記下面 5 c の面方向に相対移動させることで、上記両面間に形成される熱交換領域 HE の熱交換面積を変化させるように構成されている。

板材 6 h の先端部には、図 6 A に示すように、当該板材 6 h を、断熱部材 2 の側面に設けた開口部 2 a から引き出した状態で、当該開口部 2 a を塞ぐための可動断熱片 7 が、板材 6 h と共に移動可能に取り付けられている。また、台座 5 の下面 5 c と、その下の断熱
30 部材 2 との間には、板材 6 h とほぼ等しい幅を有し、板材 6 h を受容することができる隙

間2 dが設けられている。

図6 Aを参照して、板材6 hを隙間2 d、および断熱部材2の開口部2 aから完全に引き出すと、台座5の下面5 cと、底面冷却部材6の受熱面6 aとが全く接触しない、熱交換領域HEの熱交換面積がゼロの状態となる。この状態では、断熱部材2の開口部2 aが、
5 底面冷却部材6と共に引き出された可動断熱片7によって塞がれるため、例えば、シリコン原料を熔融してシリコン融液8を生成させる際等に、熱伝導率の高い台座5等から、装置外へ熱がリークするのを有効に防止することができる。

図6 Bを参照して、底面冷却部材6を、隙間2 dの最も奥まで挿入させると、台座5の下面5 cと、底面冷却部材6の受熱面6 aとが、図の例の装置で設定される最も広い面積
10 に亘って接触し、熱交換領域HEの熱交換面積が最大となる。さらに、図示していないが、底面冷却部材6を、上記図6 Aと図6 Bの間の任意の位置に移動させれば、熱交換領域HEの熱交換面積を、ゼロと最大の間の任意の面積に、無段階で設定することができる。

そのため、図の例のシリコン鑄造装置1によれば、最初は図6 Aの状態からスタートし、固液界面の上昇に合わせて板材6 hを徐々に隙間2 dの奥に挿入して、熱交換領域HEの
15 熱交換面積を徐々に増加させることで、鑄型4の底面4 cから、台座5を経由して、熱交換領域HEを通して底面冷却部材6に抜熱される熱（図6 B中に白矢印で示す）の抜熱量を、徐々に増加させることができる。

したがって、ヒータ3と冷却機構Cとによって鑄型4内のシリコン融液8に付与される温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、安定に維持して、高品質なシリコン
20 インゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

また、図の例では、台座5の側面5 bや内側面5 eよりも広い底面5 cを放熱面としているため、熱交換領域HEの熱交換面積をより大きくして、冷却効率を向上することもできる。また、台座5の側面5 bや内側面5 eを放熱面とする場合に比べて、当該台座5の全体の温度分布をさらに一様にして、鑄型4の底面4 cを均一に冷却し、それによって、
25 シリコン融液8の一方向凝固性を向上させることができる。

図7 Aは、本発明のシリコン鑄造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図7 Bは、上記例のシリコン鑄造装置1の底面冷却部材C 1および側面冷却部材C 2を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

両図を参照して、この例のシリコン鑄造装置1は、底板4 aと、この底板4 aの周縁から上方に立ち上げた側板4 bとを備え、内部にシリコン融液8を保持するための鑄型4と、
30

鋳型4の上方に配設される、加熱機構としてのヒータ3と、

鋳型4の、底板4aの下面である底面4cを冷却するための底面冷却部材C1と、鋳型4の、側板4bの外側面である側面4dを冷却するための側面冷却部材C2を含む冷却機構Cと、

- 5 これらの部材を収容して密閉可能で、その内部を、0.65〜40kPaに減圧したAr等の不活性ガス雰囲気とした状態で、一方向凝固によるシリコンインゴットの製造が可能な殻体1aと、

- を備えている。殻体1a内の、ヒータ3の上方には、当該ヒータ3からの輻射を、熱損失を極力、抑えながら、鋳型4内のシリコン融液8に伝達させるための断熱部材2が配設さ
10 れている。断熱部材2、ヒータ3、および鋳型4としては、前記と同様の構成を有するものを用いることができる。

- ヒータ3と鋳型4とは、先の場合と同様に、少なくとも一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する工程の間、距離が一定に維持された状態で保持される。それ以外の、例えば、シリコン原料を鋳型内に収容する際や、製造したシリコンインゴットを鋳型内か
15 ら取り出す際には、その作業性を向上するために、例えば、いずれか一方を移動させて、両者の距離を増加させたり、鋳型を装置外へ取り出したり、加熱機構を取り外したりできるように構成するのが好ましい。

- 鋳型4は、底面冷却部材C1を当接させるために、その底面4cの周辺部のみを支持し、他を露出させた支持部材51によって、殻体1a内の所定の位置に保持されている。支持
20 部材51は、不活性ガス雰囲気中で、1600℃程度の高温に耐え得る種々の材料によって形成することができるが、加工が簡単で、かつ低コストであること、シリコンインゴットの品質を低下させる不純物の濃度を、高純度化によって低減できることから、グラファイトによって形成するのが好ましい。また、殻体1aは、例えばステンレス鋼等によって形成される。

- 25 底面冷却部材C1は、鋳型4の底面4cに当接される受熱面を、その中央部と周縁部とに分割した分割受熱面61a、62aを有する、複数の冷却部分61、62を備えている。それぞれの冷却部分61、62の下側には、下方へ延設されて殻体1aの外側に達する接続部61b、62bが接続されており、各接続部61b、62bには、冷却部分61、62を個別に昇降させるための、図示しない昇降用モータが接続されている。

- 30 各冷却部分61、62は、鋳型4の底面4cに構成される熱交換領域を、底面4cの中

示すように、真ん中の冷却部分64を鋳型4の方向に水平移動させて、その分割受熱面64aを側面4dに当接させ、最後に、図示していないが、一番上の冷却部分65を鋳型4の方向に水平移動させて、その分割受熱面65aを側面4dに当接させることによって、鋳型4の側面4dに構成される熱交換領域を、下方から上方へ順に拡大させることができる。

冷却部分63～65は、それぞれ、鋳型4の周囲を囲むように、複数個ずつ、設けるのが好ましい。例えば、鋳型4が、4つの平板状の側板4bを備える場合は、各冷却部分63～65を、各面に対応させて4つずつ、鋳型4の周囲に配置することができる。また、鋳型4が円筒状の側板4bを備える場合には、各冷却部分63～65を、この円筒を囲むように、複数個ずつ、鋳型4の周囲に配置することができる。

上記各冷却部分61～65は、それぞれ、ステンレス鋼等によって形成することができる。また、その内部に水等の冷却液体を循環させて冷却するようにしてもよい。

図のシリコン鑄造装置1を用いて、一方向凝固の手法によってシリコンインゴットを製造するためには、まず、鋳型4内にシリコン原料を充てんし、壳体1aを密閉して、減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次いで、図7Aに示すように、底面冷却部材C1、および側面冷却部材C2の全ての冷却部分61～65の分割受熱面61a～65aを、鋳型4の底面4cおよび側面4dから離間させた状態で、ヒータ3に通電して、鋳型4内に充てんしたシリコン原料を熔融させて、シリコン融液8を生成させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短時間で、シリコン原料を熔融させることができる。

次に、底面冷却部材C1の冷却部分61を上昇させて、その分割受熱面61aを、鋳型4の底面4cの中央部に当接させると、鋳型4内のシリコン融液8に、ヒータ3によって加熱されている上方との間で温度勾配を生じて一方向凝固が開始されて、シリコンの固層（凝固組織）8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇を開始する。そして、固液界面が上昇して、鋳型4の底面4cからの距離が離れるほど熱抵抗が増加して、温度勾配が小さくなる傾向があるので、次に、一方向凝固の進行による固液界面の上昇に合わせて、底面冷却部材C1の冷却部分62を上昇させて、その分割受熱面62aを、上記底面4cの周縁部に当接させ、さらに、側面冷却部材C2の冷却部分63～65を、前記のように下から順に水平移動させて、それぞれの分割受熱面63a～65aを、鋳型4の側面4dに、下から順に当接させて行く。

そうすると、側面冷却部材C 2と、鋳型4の側面4 dとの間の熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に拡大させるように変化させることができる。そのため、上記のシリコン鋳造装置1によれば、冷却機構Cによる鋳型4からの抜熱量を、より精密に制御して、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができ、より高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。また、上記の鋳造装置1では、摺動面をなくして、各面の機械的摩耗を防ぐこともできる。

なお、固液界面が上昇する前に、それより上側に位置する冷却部分6 3～6 5の分割受熱面6 3 a～6 5 aを、鋳型4の側面4 dに当接させると、本来、一方向凝固の最終段階まで融液状態を保たなければならない、シリコン融液8の液面近傍が凝固してしまつて、凝固組織の内部に融液が取り残された状態となる。そして、その後、取り残された内部の融液が凝固する際の体積膨張によって、シリコンインゴットが割れてしまうおそれがある。そのため、分割受熱面6 3 a～6 5 aは、そのときの固液界面が十分に上方、具体的には50mm以上、上昇した時点で、側面4 dに当接させるようにするのが好ましい。

なお、図示していないが、各分割受熱面6 1 a～6 5 aが、鋳型4の底面4 cおよび側面4 dから離間しているときに、これら底面4 cおよび側面4 dに当接できる可動式の断熱部材を別途、設ければ、例えば、シリコン原料を溶融させてシリコン融液8を生成させる際の熱リークを有効に抑制して、シリコンインゴット製造の時間およびコストを、さらに節約することができる。

図8 Aは、本発明のシリコン鋳造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図8 Bは、上記例のシリコン鋳造装置1の底面冷却部材C 1および側面冷却部材C 2を相対移動させた状態を示す縦断面図である。この例のシリコン鋳造装置1は、両冷却部材C 1、C 2の構成が異なっている。

すなわち、底面冷却部材C 1は、鋳型4の底面4 cの、支持部材5 1間に露出したほぼ全面の平面形状に対応する平面形状を有し、上記底面4 cに直接に当接される受熱面6 6 aを備えた1つの冷却部分6 6のみを備えている。冷却部分6 6の下側には、下方へ延設されて壳体1 aの外側に達する接続部6 6 bが接続されており、接続部6 6 bには、冷却部分6 6を、図中に実線の矢印で示す上下方向に昇降させるための昇降用モータ（図10中の符号1 2）が接続されている。そして、冷却部分6 6は、昇降用モータ1 2を駆動させることで、その受熱面6 6 aを、図8 Aに示すように、鋳型4の底面4 cから離間させ

た最下降位置と、図8Bに示すように、鑄型4の底面4cに当接させた最上昇位置の2つの位置の間で昇降される。

また、側面冷却部材C2は、鑄型4の側面4dに直接に接触する受熱面67aを備え、
図中に実線の矢印で示すように、受熱面67aを側面4dに接触させた状態を維持しながら、
5 鑄型4に対して、側面4dの面方向に相対移動される冷却部分67を備えている。冷却部分67の下側には、下方へ延設されて壳体1aの外側に達する接続部67bが接続されており、接続部67bには、冷却部分67を、上記のように上下方向に昇降させるための昇降用モータ（図10中の符号12）が接続されている。

また、冷却部分67の上端部には、可動断熱片7が、冷却部分67と共に昇降可能に取り付けられている。また、鑄型4の側面4dと、支持部材51の側面は同一平面に形成されると共に、両側面と、断熱部材2との間には、冷却部分67、および可動断熱片7とほぼ等しい幅を有し、これらの部材を受容することができる隙間2eが設けられている。

冷却部分67は、昇降用モータ12を駆動させることで、図8Aに示すように、隙間2eから下方へ完全に引き出された、受熱面67aが側面4dと接触しない最下降位置と、
15 図8Bに示すように、隙間2eに挿通されて、受熱面67aが最も広い面積に亘って側面4dと接触する最上昇位置と、図示していないが、この2つの位置の間の任意の上昇位置との間で昇降され、それによって、受熱面67aと側面4dとの接触面積を無段階で増減できるように構成されている。

冷却部分67は、鑄型4の側面4dを包囲する形状に形成するのが好ましい。例えば、
20 鑄型4が、4つの平板状の側板4bを備える場合には、冷却部分67を、上記側板4bの側面4dに合わせた、互いに連続した、あるいは個々に独立した4面の板状に形成すればよい。また、鑄型4が円筒状の側板4bを備える場合には、冷却部分67を、その側面4dに合わせた円筒状や、円筒を周方向に複数の部分に分割した形状等に形成すれば良い。

図のシリコン鑄造装置1を用いて、一方向凝固の手法によってシリコンインゴットを製造するためには、まず、鑄型4内にシリコン原料を充てんし、壳体1aを密閉して、減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次いで、図8Aに示すように、底面冷却部材C1の冷却部分66を最下降位置まで下降させて、その受熱面66aを、鑄型4の底面4cから離間させると共に、側面冷却部材C2の冷却部分67を隙間2eから完全に引き出して最下降位置まで下降させて、受熱面6
30 7aが側面4dと接触しない状態として、ヒータ3に通電する。そうすると、冷却部分6

7と共に下降した可動断熱片7によって、隙間2eの、支持部材51側の開口が塞がれると共に、鋳型4の側面4dが炉内に露出された状態となるため、鋳型4に、ヒータ3の熱をより効率よく伝達して、速やかに、シリコン原料を溶解させて、効率的に、より短時間で、シリコン融液8を生成させることができる。

- 5 次に、底面冷却部材C1の冷却部分66を、図8Bに示す最上昇位置まで上昇させて、その受熱面66aを、鋳型4の底面4cに当接させると、鋳型4内のシリコン融液8に、ヒータ3によって加熱されている上方との間で温度勾配を生じて一方向凝固が開始されて、シリコンの固層（凝固組織）8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇を開始する。

- 10 この際、鋳型4の側面4dと冷却部分67とは、間に介在されて隙間2eの開口を塞いでいる可動断熱片7によって断熱されるため、凝固のごく初期の段階で、鋳型4の側面4dの下辺近傍が冷却部材67によって冷やされて、冷却部分66によるスムーズな一方向凝固の開始が妨げられるのを防止することもできる。

- 固液界面が上昇して、鋳型4の底面4cからの距離が離れるほど熱抵抗が増加して、温度勾配が小さくなる傾向があるので、次に、一方向凝固の進行による固液界面の上昇に合
15 わせて、側面冷却部材C2の冷却部分67を徐々に上昇させて、その受熱面67aを、鋳型4の側面4dに、下から徐々に接触させて行く。

- そうすると、側面冷却部材C2と、鋳型4の側面4dとの間の熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に、しかも、この場合は、先に説明したように無段階で、拡大させる
20 ように変化させることができる。そのため、上記のシリコン鑄造装置1によれば、冷却機構Cによる鋳型4からの抜熱量を、より精密に制御して、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、温度勾配を安定に維持することができ、より高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、できるだけコスト安価に製造することが可能となる。

- なお、冷却部分67の受熱面67aの上端部が固液界面より上に出てしまうと、前記と同様のメカニズムによって、凝固組織の内部に融液が取り残された状態となり、取り残された内部の融液が凝固する際の体積膨張によって、シリコンインゴットが割れてしまうお
25 それがある。そのため、冷却部分67は、その上端部が、常に、固液界面より所定寸法（好ましくは50mm）以上、下にある状態を維持しながら、固液界面の上昇に合わせて徐々に上昇させるようにするのが好ましい。

- 30 図9Aは、本発明のシリコン鑄造装置1の、実施の形態の他の例を示す縦断面図、図9

Bは、上記例のシリコン鑄造装置1の底面冷却部材C1および側面冷却部材C2を相対移動させた状態を示す縦断面図である。

この例のシリコン鑄造装置1は、不活性ガス吐出手段としてのノズル9を備える点が相違している。ノズル9は、ヒータ3の上側の殻体1aと断熱部材2とを貫通して、例えば
5 円環状のヒータ3の中央部に先端部を突出させるようにして、先の場合と同様に、少なくとも一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する工程の間、鑄型4およびヒータ3との距離が一定に維持された状態で配設されている。

そのため、一方向凝固によってシリコンインゴットを製造する際に、このノズル9から、
鑄型4の内部に保持するシリコン融液8に、Ar等の不活性ガスを、シリコン融液8の液
10 面とノズル9の先端との距離が変化したり、不活性ガスの滞留状態が変動したりすることなしに、常に一定の状態で吹き付けることができ、先に説明した一方向凝固精製方法を、スムーズかつ均一に、再現性よく、実施することができる。

なお、ノズル9は、やはり、一方向凝固の工程以外の、例えば、シリコン原料を鑄型内に收容する際や、製造したシリコンインゴットを鑄型内から取り出す際には、その作業性
15 を向上するために、例えば、鑄型4とヒータ3との間から引き出したりできるように構成するのが好ましい。また、一方向凝固の工程において、ノズル9の先端は、シリコン融液8の液面の概ね中央部を狙って不活性ガスを噴出させるように配置するのが好ましい。

支持部材51は、冷却部分67の昇降方向の寸法が、当該冷却部分67の同方向の寸法より大きめに設定されており、図9Aに示すように、冷却部分67を最下降位置まで下降
20 させた状態において、当該冷却部分67の受熱面67aが鑄型4の下方に露出しないように覆う働きをする。また、冷却部分67上の可動断熱片7は、その昇降方向の寸法が、鑄型4の側面4dの高さとほぼ同程度に設定されており、図9Aに示すように、冷却部分67を最下降位置まで下降させた状態において、鑄型4の側面4dを覆って、熱が逃げるのを防止する働きをする。そのため、鑄型4に、ヒータ3の熱をより効率よく伝達して、速
25 やかに、シリコン原料を溶解させて、効率的に、より短時間で、シリコン融液8を生成させることができる。

図10は、図9A、図9Bのシリコン鑄造装置に、温度検出手段と制御手段とを組み合わせた実施の形態の他の例を示す縦断面図である。これらの部材以外の構成は、先に説明したとおりであるので、以下では、相違点についてのみ説明する。

図10を参照して、熱電対10は、鋳型4の側板4bの上辺近傍、下辺近傍および両者の中間の3箇所にて設けられている。これにより、鋳型4内のシリコン融液8に付与される温度勾配を求めることができる。各熱電対10の出力は、制御ケーブル13を介して、制御手段11に与えられる。制御手段11は、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8に付与される温度勾配を演算し、その結果に基づいて、制御ケーブル13を介して、ヒータ3、および昇降用モータ12を駆動制御する。また、制御手段11は、図示していないが、ノズル9に接続したガス供給手段や、壳体1a内を減圧するための排気ポンプ系等も駆動制御する。上記各部としては、前記と同様の構成を有するものを用いることができる。

- 10 以下に、上記のシリコン鋳造装置1を用いて、シリコンインゴットを製造する手順を、図9A～図10を参照しながら説明する。

まず、鋳型4の内部にシリコン原料を充てんし、壳体1aを密閉して制御手段11を起動させると、当該制御手段11は、排気ポンプ系を作動させて、壳体1a内を減圧すると共に、ガス供給手段を作動させて、ノズル9を通して不活性ガスを壳体1a内に供給する

15 ことで、当該壳体1a内を、減圧された不活性ガス雰囲気とする。

次に、制御手段11は、図9Aに示すように、底面冷却部材C1の冷却部分66を最下降位置まで下降させて、その受熱面66aを、鋳型4の底面4cから離間させると共に、側面冷却部材C2の冷却部分67を最下降位置まで下降させることで、ヒータ3と鋳型4とを、断熱部材2と可動断熱片7とによって包囲させる。そして、ヒータ3に通電して、

20 鋳型4を、温度1420℃～1550℃程度に加熱させることで、シリコン原料を溶融させる。これにより、ヒータ3からの輻射熱がロスされることを防いで、効率的に、より短時間で、シリコン原料を溶融させることができる。

シリコン原料が溶融してシリコン融液8となると、制御手段11は、ノズル9の先端から、シリコン融液8の液面に不活性ガスを吹き付けさせると共に、3つの熱電対10の出力から、シリコン融液8の温度勾配をモニタリングしながら、昇降用モータ12を駆動させて、底面冷却部材C1の冷却部分66を、図9Bに示す最上層位置まで上昇させることで、受熱面66aを鋳型4の底面4cに当接させて抜熱を開始させる。そうすると、シリコンの固層（凝固組織）8aとシリコン融液8との境界である固液界面が徐々に上昇を開始する。

30 そして、制御手段11は、ヒータ3と冷却機構Cとによってシリコン融液8に付与され

る温度勾配を、引き続き、熱電対10の出力によってモニタリングしながら、その結果に基づいて、任意の時点で、昇降用モータ12を駆動させて、側面冷却部材C2の冷却部分67を徐々に上昇させて、その受熱面67aを、鋳型4の側面4dに接触させると共に、両面の接触領域である熱交換領域を、高さ方向の下方から上方へ順に、無段階で、徐々に
5 拡大させるように変化させる。また、それと共に、制御手段11は、ヒータ3に供給する電力を制御する。

そうすると、シリコン融液8を一方向凝固させる際の温度勾配を、凝固初期から完全凝固に至るまでの間、より一層、安定に維持することができ、さらに高品質なシリコンインゴットを、再現性よく、コスト安価に製造することが可能となる。

10 なお、鋳型4の温度だけでなく、ヒータ3、殻体1a内雰囲気、冷却部分66、67、冷却流体等の温度や、あるいは、冷却流体の流量等を計測して、これらを制御するようにすれば、より高い再現性を得ることができる。また、特に、側面冷却部材C2の冷却部分67を昇降させる昇降用モータ12として、昇降速度が可変なインバータ制御のモータやステッピングモータ、リニアモータなどを用い、上述の各制御項目に合わせて、昇降の速
15 度を制御するようにすれば、さらに細かく、温度勾配を制御することができる。

なお、本発明の構成は、以上で説明した各図の例に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で、種々の設計変更を施すことができる。

例えば、図2や図10の例では、制御手段11として、プログラマブルコントローラを例示したが、それに代えて、汎用のパーソナルコンピュータに制御用のインターフェース
20 を組み合わせたものを、制御手段11として用いることもできる。

実施例

以下に、本発明を、実施例に基づいてさらに詳細に説明する。

《シリコン鋳造装置》

25 鋳型4の底面4cが台座5の載置面5aより小さく、接触領域の平面形状が、鋳型4の底面4cの平面形状と一致すること以外は図2に示すものと同様の構成を有する、図11Aに示すシリコン鋳造装置1を、下記の各部材を組み合わせて構成した。

(断熱部材)

断熱部材2としては、グラファイトフェルトにカーボン粉末をコーティングした、30
30 mm厚のものを使用した。

可動断熱片7としては、断熱部材と同じ材料からなるものを用いた。

(制御手段)

制御手段11としてはプログラマブルコントローラを用い、鋳型4の高さ方向の3箇所に設けた熱電対10の出力によって、鋳型4内のシリコン融液8の温度勾配をモニタリングできるように構成した。

(昇降用モータ)

昇降用モータ12としては、その回転量によって、底面冷却部材6の昇降量を自在に設定できるステッピングモータを用いた。

《製造試験》

10 上記のシリコン鋳造装置を用いて、以下の手順で、シリコンインゴットの製造試験を行った。

まず、鋳型4内に、所定量のシリコン原料を充てんし、装置の内部を10. 7 kPaに減圧したArガス雰囲気とし、次いで、ヒータ3に通電して1500℃に加熱してシリコン原料を溶融させて、シリコン融液8を生成させた。そして、内部に冷却水を通した底面冷却部材6を用いて、鋳型4の底面側を、台座5を介して冷却しながら、シリコン融液8を一方向凝固させて、シリコンインゴットを製造した。

《温度追従性試験》

上記シリコンインゴットの製造中に、昇降用モータを駆動させることで、底面冷却部材6を上昇させて、台座5の側面5bと底面冷却部材6の受熱面6aとの間の熱交換領域HEの熱交換面積を増加させた際に、この面積の変化が、熱電対10によって測定される鋳型4の温度の変化となって現れるのに要した時間を求め、その結果から、下記の基準で温度追従性を評価した。

◎：1分以内。非常に良好。

○：1分を超え、5分以内。良好。

25 △：5分を超え、10分以内。許容範囲内。

×：10分を超えた。不可。

《結晶品質の再現性試験》

上記シリコンインゴットの製造を、同じ条件ごとに5回ずつ、繰り返し行って、それぞれ5個ずつのシリコンインゴットを製造し、それぞれのシリコンインゴットについて、マイクロ波を利用した光導電減衰法(μ-PCD法)によって、少数キャリア寿命を測定し

た。そして、5個のシリコンインゴットにおける少数キャリア寿命が全て $20\mu\text{sec}$ 以上であるときを合格として、下記の基準で、結晶品質の再現性を評価した。

◎：5個全てのシリコンインゴットの少数キャリア寿命が $30\mu\text{sec}$ 以上。非常に良好。

5 ○：5個全てのシリコンインゴットの少数キャリア寿命が $25\mu\text{sec}$ 以上、 $30\mu\text{sec}$ 未満。良好。

△：少なくとも1個のシリコンインゴットの少数キャリア寿命が $20\mu\text{sec}$ 以上、 $25\mu\text{sec}$ 未満（他は $25\mu\text{sec}$ 超）。許容範囲内。

×：少なくとも1個のシリコンインゴットの少数キャリア寿命が $20\mu\text{sec}$ 未満。不可。

以上の結果を、図12A、図12Bに示す従来のシリコン鑄造装置を用いた場合の結果と併せて表1に示す。

表 1

サンプル No.	装置	底面冷却部材		台座		温度 追従性	再現性
		熱交換 面積	間隔G (mm)	熱伝導率 (W/mK)	D/L		
1	図11A	可変	0	49	0.2	○	○
2	図11B	可変	4	49	0.2	○	○
3	図11B	可変	8	49	0.2	△	○
4	図11B	可変	12	49	0.2	△	△
5	図11B	可変	16	49	0.2	△	△
6	図11A	可変	0	13	0.2	△	△
7	図11A	可変	0	35	0.2	△	○
8	図11A	可変	0	45	0.2	○	○
9	図11A	可変	0	84	0.2	◎	○
10	図11A	可変	0	49	0.1	○	△
11	図11A	可変	0	49	0.15	○	△
12	図11A	可変	0	49	0.18	○	○
13	図11A	可変	0	49	0.3	○	◎
14	図12A, 12B	一定	0	49	0.3	—	×

表より、従来のシリコン鑄造装置を用いたサンプル14では、熱交換面積が一定で、鑄型内のシリコン融液の温度勾配を制御できないため、結晶品質の再現性が悪かった。これ

請求の範囲

1. (補正後) 内部にシリコン融液を保持すると共に、前記シリコン融液を冷却させて凝固させることで、シリコンインゴットを製造するための鋳型と、
- 5 鋳型の上に、前記鋳型との距離が一定に維持された状態で配設された、シリコン融液を加熱するための加熱機構と、
- 前記加熱機構より下方に配設された、シリコン融液を冷却するための冷却機構とを備えるシリコン鋳造装置であって、
- 前記冷却機構は、鋳型の外表面を冷却するための冷却部材を備え、前記冷却部材は、
- 10 (i) 鋳型の外表面、または
- (ii) 鋳型の外表面が接触された接触面を備えた伝熱部材の、前記接触面以外の面、である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鋳型または台座に対して相対移動されることを特徴とするシリコン鋳造装置。
- 15 2. (補正後) 冷却部材は、鋳型の底面を冷却するための底面冷却部材を備え、前記底面冷却部材は、
- (1) 鋳型の底面、または、
- (2) 前記鋳型の底面が接触された状態で、鋳型が載置される、接触面としての載置面を備えた、伝熱部材としての台座の、前記載置面以外の面、
- 20 である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させるために、鋳型または台座に対して相対移動される請求項1記載のシリコン鋳造装置。
3. (補正後) 底面冷却部材は、受熱面を、放熱面と直接に接触させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、前記放熱面の面方向に相対移動される請求項2記載のシリコン
- 25 鋳造装置。
4. (補正後) 底面冷却部材は、受熱面を、放熱面に対して、一定間隔をあけて近接配置させた状態を維持しながら、鋳型または台座に対して、前記放熱面の面方向に相対移動される請求項2記載のシリコン鋳造装置。
5. (補正後) 放熱面と受熱面との間隔が、10mm以下である請求項4記載のシリコン鋳
- 30 造装置。

6. (補正後) 台座の熱伝導率が、 $40\text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 以上である請求項2記載のシリコン
5 鑄造装置。
7. (補正後) 台座は、片面が載置面とされ、前記載置面と反対面が、載置面と平行で、厚
みが一定の板状に形成されていると共に、前記厚みが、載置面と、前記載置面上に載置さ
5 れる鑄型の底面との接触領域の差し渡し長さの $1/6$ 以上である請求項6記載のシリコン
鑄造装置。
8. (補正後) 鑄型は、底板と、前記底板の周縁から上方に立ち上げた側板とを備えると共
に、冷却部材は、鑄型の底板の下面である底面を冷却するための底面冷却部材と、鑄型の
側板の外側面である側面を冷却するための側面冷却部材とを備え、前記側面冷却部材は、
10 鑄型の側面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を
有し、前記受熱面の、鑄型の側面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化さ
せるために、鑄型に対して相対移動される請求項1記載のシリコン鑄造装置。
9. (補正後) 側面冷却部材は、受熱面を、鑄型の側面と直接に接触させた状態を維持しな
がら、鑄型に対して、前記鑄型の高さ方向に相対移動される請求項8記載のシリコン鑄造
15 装置。
10. (補正後) 側面冷却部材は、受熱面を、鑄型の高さ方向に分割した分割受熱面を有す
る複数の冷却部材によって構成されていると共に、各冷却部材は、それぞれの分割受熱面
を、鑄型の側面と直接に接触させるか、または、一定間隔をあけて近接配置させた状態と、
離間させた状態との間で、個別に相対移動される請求項8記載のシリコン鑄造装置。
- 20 11. (補正後) 底面冷却部材は、
(1) 鑄型の底面、または、
(2) 前記鑄型の底面が接触された状態で、鑄型が載置される載置面を備えた台座の、前記
載置面以外の面、
である放熱面と直接に接触されるか、または、一定間隔をあけて近接配置される受熱面を
25 有し、前記受熱面の、放熱面に対して接触または近接配置される熱交換面積を変化させる
ために、鑄型または台座に対して相対移動される請求項8記載のシリコン鑄造装置。
12. (補正後) 底面冷却部材は、受熱面を、鑄型の底面の中央部と周縁部とに分割した分
割受熱面を有する複数の冷却部材によって構成されていると共に、各冷却部材は、それぞ
れの分割受熱面を、放熱面と直接に接触させるか、または、一定間隔をあけて近接配置さ
30 せた状態と、離間させた状態との間で、個別に相対移動される請求項11記載のシリコン

鑄造装置。

1 3. (補正後) 鑄型の温度を測定するための温度検出手段と、

前記温度検出手段によって測定した鑄型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却部材の、鑄型に対する相対位置とを制御する制御手段と、

5 を備える請求項1記載のシリコン鑄造装置。

1 4. (補正後) 鑄型の内部に保持するシリコン融液に不活性ガスを吹き付ける、鑄型および加熱機構との距離が一定に維持された不活性ガス吐出手段を有する請求項1記載のシリコン鑄造装置。

1 5. (補正後) 請求項1～1 4のいずれかに記載のシリコン鑄造装置を用いてシリコンインゴットを製造する方法であって、鑄型の内部にシリコン融液を保持させる工程と、前記シリコン融液を、鑄型の上方に、一定距離を維持して配設された加熱機構によって加熱しながら、冷却機構によって、鑄型の下方から冷却すると共に、前記冷却に伴う、シリコン融液の固液界面の上昇に応じて、冷却機構を鑄型に対して相対移動させることで、前記シリコン融液を、鑄型の下方から上方へ方向凝固させる工程とを含むことを特徴とするシリコンインゴットの製造方法。

1 6. (補正後) シリコン鑄造装置が、温度検出手段と制御手段とを備え、前記制御手段は、温度検出手段によって測定した鑄型の温度に基づいて、加熱機構による加熱状態と、冷却部材の、鑄型に対する相対位置とを制御しながら、シリコン融液を、鑄型の下方から上方へ方向凝固させる請求項1 5記載のシリコンインゴットの製造方法。

20 1 7. (補正後) シリコン鑄造装置が、不活性ガス吐出手段を備え、前記不活性ガス吐出手段から、鑄型の内部に保持したシリコン融液に不活性ガスを吹き付けながら、前記シリコン融液を、鑄型の下方から上方へ方向凝固させる請求項1 5記載のシリコンインゴットの製造方法。

1 8. (削除)